7890A GC のモジュレーションに基づく包括的 GC システム

アプリケーション

緒言

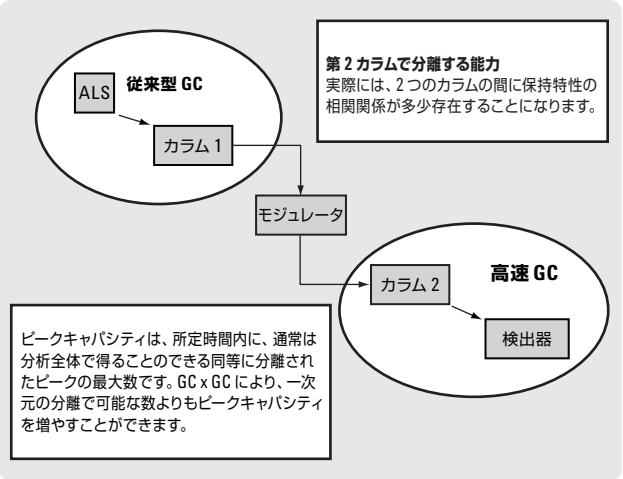
Agilent 7890A GC には、包括的 GC 分析を実施するためのソリューションが搭載されています。このシステムは、7890A GC で制御されるキャピラリフローモジュレータを使用します。システムは出荷前に FID 検出器を用いて動作確認を行います。50 Hz 以上のデータ取り込み速度に対応している他の検出器も使用できます。

包括的二次元 (2D) GC、または GC x GC は石油/石油化学、環境、食品/香料業界で見られるような非常に複雑な混合物の分離に使用できる強力な技術です。

この手法では通常、極性が異なる 2 本のカラムを使用し、その間にモジュレータを直列に設置します。高速分離の効果を発揮するために 2 番目のカラムには最初のカラムよりも短い長さのものを用います。デバイス全体が GC オーブン内部に設置されます。

モジュレータは以下の 3 つの役割を果たします。

1. 第 1 カラムからの溶出物をピーク幅の時間分集めます。たとえば、カラム 1 からのピーク幅が 6 秒の場合、モジュレータは 2 ～ 3 秒ごとに成分を集積することになり、そのため、第 1 カラムからのピークを 2、3 個の「画分」に分割します。
2. 流量圧縮により、各画分から収集した成分を非常に狭い幅に集めます。
3. 第 2 カラムにバンドを順次導入し、第 2 カラムで注入される各バンドをさらに分離します。



包括的 2D GC では、第 1 カラム (従来の分離)、フローモジュレーション、第 2 カラム (超高速分離)、高速検出器を使用します。

この技術で得られる二次元情報より、ピーク分解能とピークキャパシティを上げることができます。

一般的なモジュレータは温度サイクルによって最初のカラムからの画分を集め、2 番目のカラムに導入します。ただしこの方法の欠点は:

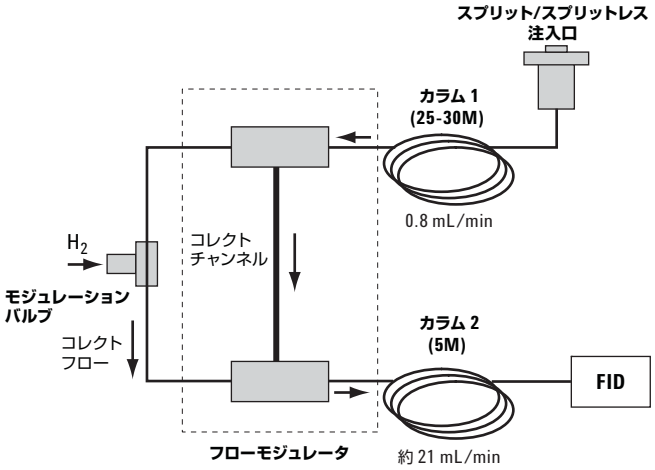
- 冷媒を大量に使用するので分析費用がかかる
- ハードウェアが複雑である
- 分析時間が長い

アジレント独自のキャピラリ・フロー・テクノロジーと第 4 世代のエレクトロニックニューマティクスコントロール (EPC) により、冷媒や複雑なハードウェアを使わず、フローモジュレータを使用して包括的 2D-GC を行うことができます。操作の鍵は、2 番目のカラムと最初のカラムの間の流量差 (通常 20 対 1) です。これにより、

第 2 カラムへのモジュレーション「注入」パルス中に測定対象化合物を圧縮し、コレクタチャンネルにフォーカスさせます。7890A にモジュレータ制御用のボードを取り付けることで、モジュレーションのタイミングを正確にコントロールすることができます。

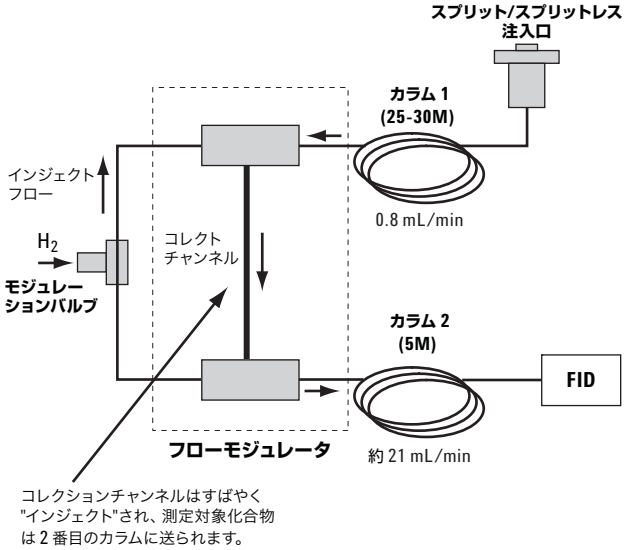
キャピラリ・フロー・テクノロジーのモジュレータでは、流量スプリッタとコレクタチャンネルをデバイス内部に組み込んだ、不活性化処理済みステンレス構造を使用します。熱容量が少ないためオーブン温度に非常に厳密に追随でき、また GC オーブン内に位置していることにより温度プログラムに対して遅延なしに、精密な温度制御が可能です。カラムの接続には漏れがなく、極めて小さくてデッドボリュームがないアジレントの Ultimate ユニオン技術を用いて行います。ガスクロマトグラフの側面に設置されたマイクロ 3 方ソレノイドバルブはニューマティクスコントロールモジュール (PCM) と接続され、モジュレータからの流量を正確、精密に制御します。

下図はモジュレータの動きを示しています。3 方ソレノイドバルブは、PCM から供給される水素ガスを制御します。この 3 方バルブを周期的に切り換えることでモジュレータを駆動します。分析中にさらに高速分離を行うため、ロード状態とインジェクト状態の間で正確にタイミングを合わせ、同期させて切り換えを行うことで、サンプルの画分を第 2 カラムへ一定間隔で送り続けます。両方のカラムを定流量モードで分析します。最適な性能を得るために、注入量とスプリット比を調整し、過剰なピークテーリングの原因になる可能性のある過負荷を避ける必要があります。



モジュレーションサイクルのロード状態での流量と方向

ロード状態 (上図): この状態の開始時に、コレクタチャンネルは前の注入サイクルからの水素ガスで満たされます。第 1 カラムの溶出物がモジュレータの上部 T 字接続部を通り、コレクタチャンネルの中を満たします。PCM/3 方マイクロバルブから水素は下部の T 字接続部からモジュレータを出て、2 番目のカラムに送られます。



モジュレーションサイクルのインジェクト状態での流量と方向

インジェクト状態 (上図): 3 方ソレノイドバルブからの水素ガスは上部 T 字接続部に向けて流れます。約 0.1 秒間、通常 20 mL/min の高流量により、コレクションチャンネルを素早くパージし、非常に狭いバンド幅でチャンネルに収集された測定対象化合物を高速分離を行う 2 番目のカラムに移動させます。

必要なもの:

- Agilent 7890A GC、ファームウェアバージョン A.01.08 以降
- 200 Hz のデータ収集速度を持つ FID または他の高速検出器
- スプリット/スプリットレス注入口
- キャピラリ・フロー・テクノロジーモジュレータオプションまたはアクセサリ
- キャピラリ・フロー・テクノロジーモジュレータチェックアウトキット
- ニューマティクスコントロールモジュール (PCM)
- Agilent GC ChemStation B.03.02、またはモジュレーションサイクルを制御できる他のデータ収集および解析システム
- 30 m × 0.25 mm × 0.25 µm DB-5ms カラム (オプションやアクセサリに含まれる)
- 5 m × 0.25 mm × 0.15 µm INNOWax カラム (オプションやアクセサリに含まれる)
- 2D データ解析ソフトウェア、GC Image を推奨(アジレントでは提供していません)
- キャピラリ・フロー・テクノロジー用カラムナットと SilTite フェラル

注文情報

説明	部品番号
7890A GC + キャピラリ・フロー・テクノロジーモジュレータ (チェックアウトキットが必要)	G3440A オプション 887 またはアクセサリ G3486A
7890A GC + 200 Hz FID	G3440A オプション 211 またはアクセサリ G3462A
7890A GC + スプリット/スプリットレス注入口	G3440A オプション 112 またはアクセサリ G3452A
キャピラリ・フロー・テクノロジーモジュレータチェックアウトキット	G3487A
7890A GC 用 PCM	G3440A オプション 309 またはアクセサリ G3471A
SilTite 金属フェラル、1/16 インチ × 内径 0.4 mm、10 個、カラムナット 2 個を含む	5184-3569
1 台の GC 用 Agilent 32 ビット ChemStation	G2070BA
1 台の GC 用 Agilent 32 ビット ChemStation バンドルの内容: – G2070BA 32 ビット ChemStation ソフトウェア – モニターと Windows オペレーティングシステムを搭載したコンピュータ – プリンター	G1875BA
2D GC ソフトウェア 推奨 GC Image ソフトウェアはゲステル株式会社から購入できます	www.gerstel.co.jp

アプリケーション例

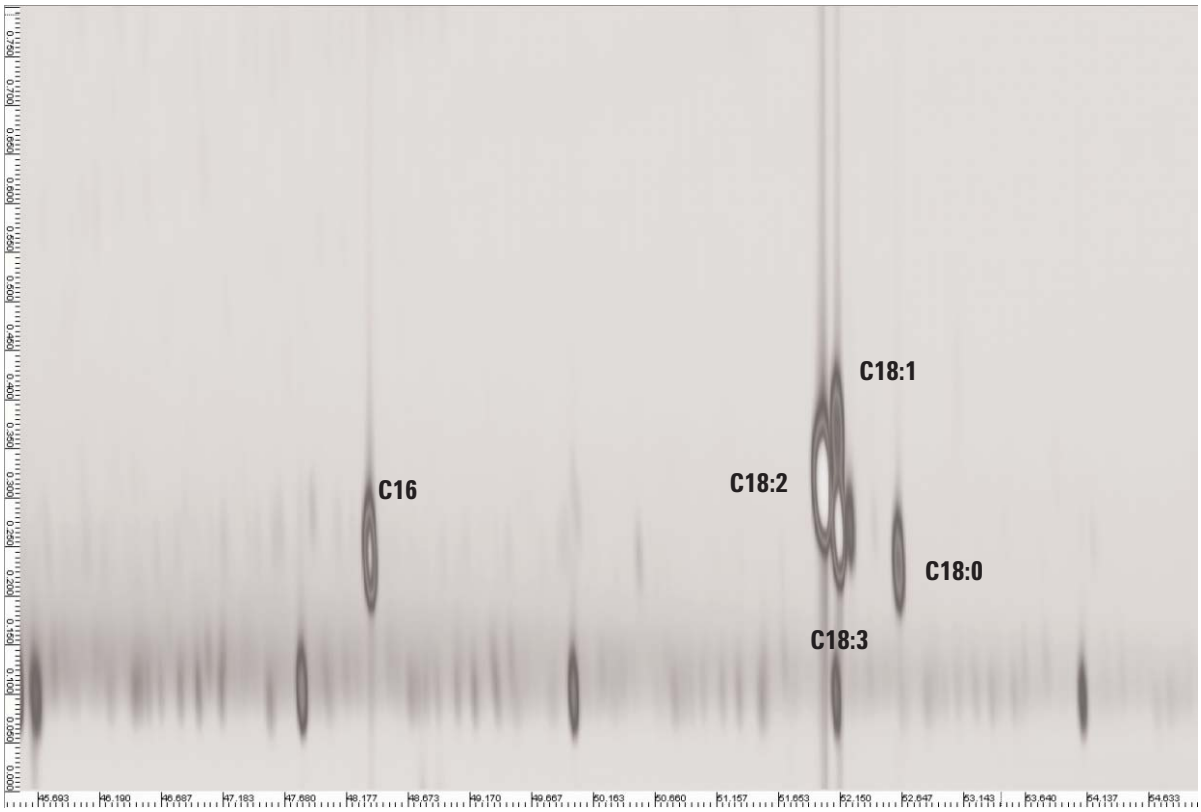
アプリケーション例をいくつか示します。最適な結果が得られるように、第 1 カラムの長さを選択しています。システムに付属の 30 m カラムは幅広いアプリケーションに対して優れた選択肢ですが、測定対象物の分離を最適化するために他の長さも使用できます。以下の例ではさまざまなカラムを使用しました。ChemStation データの解析には、GC Image ソフトウェアを使用しました。

1. 大豆 FAME を混合した B20 バイオ燃料。C16 と C18 FAME を示す 2D 画像の部分を示します。

   カラム 1: 60 m × 0.25 mm × 0.10 µm DB-5ms

   カラム 2: 5 m × 0.25 mm × 0.15 µm INNOWax

   モジュレーション: 1.40 秒取り込み、0.10 秒注入

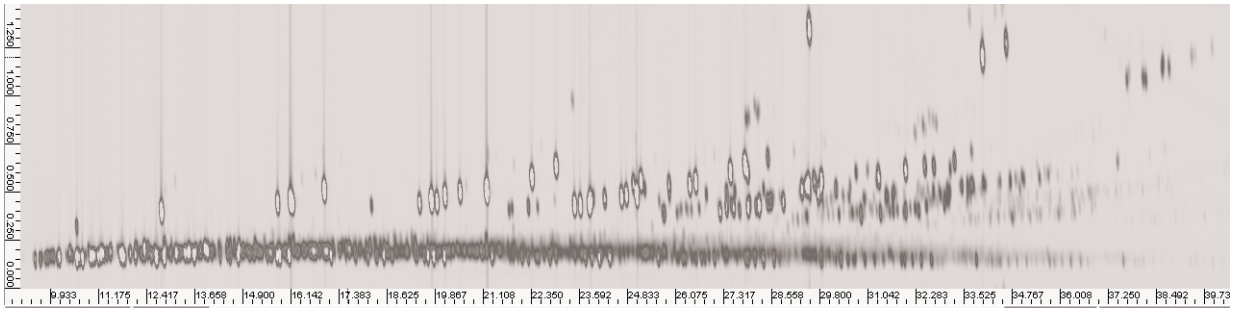


2. 重油サンプルの 2D 画像。単環芳香族類は良く分離されており、炭化水素の分類を可能にします。

   カラム 1: 60 m × 0.25 mm × 0.10 µm DB-5ms

   カラム 2: 5 m × 0.25 mm × 0.15 µm INNOWax

   モジュレーション: 1.40 秒取り込み、0.10 秒注入

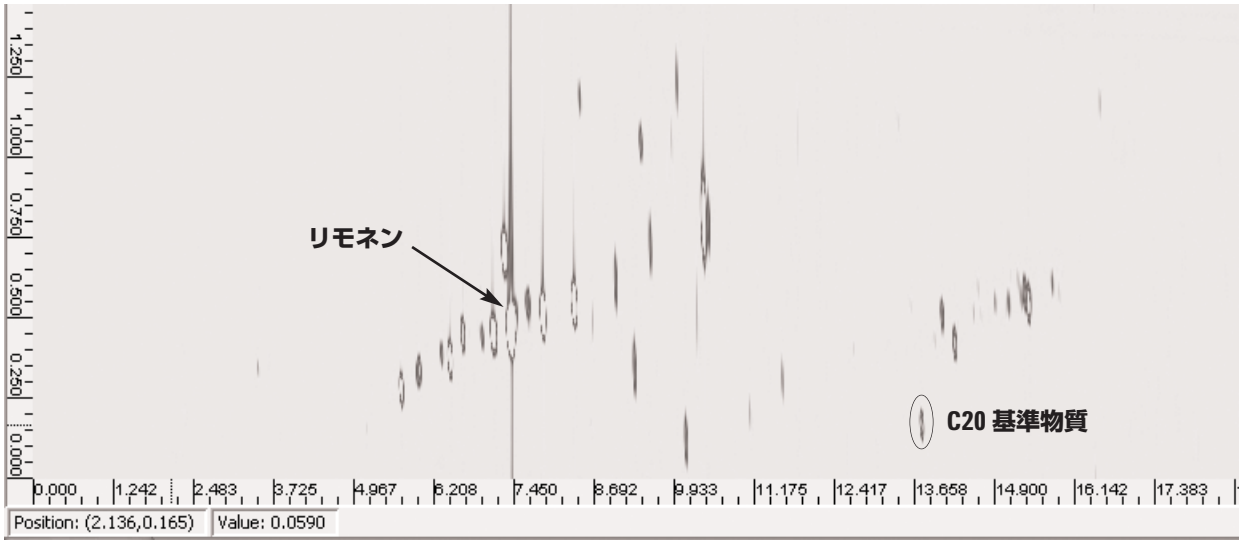


3. ライム油の 2D 画像。

   カラム 1: 15 m × 0.25 m × 0.25 µm DB-5ms

   カラム 2: 5 m × 0.25 mm × 0.15 µm DB-17HT

   モジュレーション: 1.40 秒取り込み、0.10 秒注入



サーモモジュレーションと フローモジュレーション

他のメーカーではサーモモジュレーションに基づくシステムを提供していますが、下表にサーモモジュレーションに対するフローモジュレーションの利点を示します。

サーモモジュレーション	フローモジュレーション
低温フォーカシングにより、二次元目で狭いピーク幅が可能	ピーク幅はサーモモジュレーションと同等。広がりは通常 20% 以内。多くのユーザーは、ピークを合計するためピーク幅はそれほど重要ではない
低流量 - 高真空検出器 (TOF) で使用が可能	スプリッターを使用して限られたスキャン範囲で MSD を使用できる
冷媒を大量に消費する	冷媒を必要としない
ハードウェアの校正、セットアップ、メンテナンスが複雑	シンプルで信頼性の高いキャピラリ・フロー・テクノロジーに基づいたハードウェア。設置面積が小さい
分析時間が長い	一次元分離と同等の分析時間

www.agilent.com/chem/jp

詳細情報

弊社の製品およびサービスに関する詳細情報は、ホームページ www.agilent.com/chem/jp をご覧ください。

アジレントは、本資料に誤りが発見された場合、また、本資料の使用により付随的または間接的に生じる損害について一切免責とさせていただきます。また、本資料掲載の装置類は薬事法に基づく登録は行っておりません。

本資料に記載の情報、説明、製品仕様等は予告なしに変更されることがあります。著作権法で許されている場合を除き、書面による事前の許可なく、本資料の複製、翻案、翻訳することは禁じられています。

© Agilent Technologies, Inc. 2008

Printed in Japan
April 1, 2008
5989-8060JAJP

Agilent Technologies